

ЭКСТРАКЦИОННО-ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ АМИНОФЕНОЛОВ В СИСТЕМАХ НА ОСНОВЕ ДИМЕТИЛФОРМАМИДА

Лозовенко Д.И., Никулина А.В., Коренман Я.И.

Воронежская государственная технологическая академия

Дифференцирующее действие диметилформамида по отношению к соединениям с близкими кислотными свойствами позволяет селективно определять их непосредственно в неводном концентрате методом потенциометрического титрования. Диметилформамид характеризуется высокой гидрофильностью, для образования двухфазных систем на его основе в водный раствор вводили карбонат калия (эффективный высаливатель). Образующиеся при этом системы характеризуются различным составом фаз и соотношением объемов сопряженных растворов, определяющих эффективность экстракции и влияющих на результаты последующего потенциометрического определения аминифенолов. Двухфазную область трехкомпонентных систем находили методом сечений по данным титрования растворителя водными растворами соли с различными концентрациями. Экстракционную систему выбирали с учетом решаемой задачи.

Экстракционные характеристики 2-, 3-, 4-амино-, 2-амино-5-нитро-, 2-амино-4-нитрозо-, 2-амино-4-нитро-6-хлор- и 2-амино-4,6-динитрофенолов установлены в идентичных условиях: концентрация карбоната калия 45 мас.%, соотношение объемов водной и органической фаз 10:1. Исходная концентрация аминифенолов не превышала 0,01 моль/дм³, что исключало их ассоциацию в водной и органической фазах. При экстракции достигается практически полное извлечение аминифенолов. Экстрагирующая активность диметилформамида по сравнению с другими дифференцирующими растворителями (ацетон, трет. бутиловый спирт) для большинства изученных аминифенолов в несколько раз выше. Исключение составляют нитроаминифенолы (соединения кислотного характера), для них более эффективна экстракция ацетоном при pH≈2.

Диметилформамид характеризуется наиболее сильными дифференцирующими свойствами, в экстрактах на его основе возможно потенциометрическое определение моноаминифенолов по кислотно-основному механизму. Оптимизированы условия потенциометрического определения аминифенолов. Титрант – раствор КОН в изопропиловом спирте, индикаторный электрод – оксидно-платиновый, электрод сравнения – насыщенный хлоридсеребряный. Присутствие высаливателя нивелирует мешающее влияние воды на результаты потенциометрического определения.

Пределы обнаружения изученных соединений $\sim 0,5$ мг/дм³, время анализа 45 мин., погрешность не превышает 10%.

ЛАНТАНФТОРИДНЫЙ ЭЛЕКТРОД С ОТКЛИКОМ НА ИОНЫ ФТОРА.

Груздков Д. В.

Тверской государственный университет

Определение концентрации ионов фтора входит в ряд наиболее актуальных проблем химии, медицины, биологии и т. д. При определении ионов фтора особый интерес представляет лантанфторидный электрод. Поскольку изготовление монокристаллического фторида лантана является весьма трудоемким, а готовый монокристалл труднодоступен, можно попытаться изготовить электрод из поликристаллического LaF₃.

Была предпринята попытка создания электрода с мембраной из поликристаллического LaF₃. Но такая мембрана оказалась, механически не прочной.

Электрод с мембраной на основе фторида лантана и эпоксидной смолы дал удовлетворительные результаты: наклон электродной функции составлял 31,8 мВ/рС; время отклика – 10 с; время жизни электрода – 2 – 3 суток.

Электрод на основе фторида лантана и сульфида серебра также давал удовлетворительные результаты: наклон электродной функции составлял 10,6 мВ/рС; время отклика – 20 с; время жизни электрода – 1 сутки.

Хорошие результаты показал электрод с мембраной из фтористого лантана (содержание LaF₃ не менее 40%) и ПВХ. Наклон электродной функции этого электрода составил 42,5 мВ/рС; время отклика электрода – 10 с; время жизни – 2 – 3 суток.

Таблица. Метрологические характеристики электрода с мембраной на основе ПВХ

наклон эл. ф-и, В/рС	Е отн. Ag/AgCl, мВ	время откл., с	время жизни, сут
42,5±0,5	19,2±0,7	10	2 – 3

Изготовленный поликристаллический лантанфторидный электрод по своим метрологическим характеристикам уступает электроду изготовленному из монокристалла, но простота его изготовления, дешевизна и доступность исходных материалов заставляют надеяться на успешное использование его в аналитической практике.